

JP 360045133 22  
OCT 1985

<p>85-274139/44 L01 NITE 14.04.78 NIPPON TELEG &amp; TELEPH *J8 5045-133-B 14.04.78-JP-043325 (08.10.85) C03b-20 C03b-37/1 G02b-6 Mfg. optical fibre preform - using raw material fed into glass tube with oxygen and high frequency heated (J5 22.10.79) C85-119205</p>	<p>L(1-F3, 1-15)</p>
<p>Raw glass material is fed, together with O2 gas, into a glass tube covering a centre columnar rod made of graphite or Pt. It is heated with a high frequency coil moving relative to the centre rod. (J54135811-A) (4pp Dwg.No.0/3)</p>	

© 1985 DERWENT PUBLICATIONS LTD.

128, Theobalds Road, London WC1X 8RP, England

US Office: Derwent Inc. Suite 500, 6845 Elm St. McLean, VA 22101

*Unauthorised copying of this abstract not permitted.*

65/421

J.P.



...

.

.

.

ス焼結体は順次層状に成長する。高周波誘導コイルの往復運動を100回繰返し、得られたガラス焼結体は外径40mmφ、長さ400mmとなつた。

次に第2図に示すように原料の供給を止め、高周波誘導コイル36への供給電力を20KWに高めると、カーボン棒32は1800°Cに加熱され、加熱されたカーボン棒上に形成されたガラス焼結体35は透明なガラス体37になる。高周波誘導コイルを2~10mm/minの速度で移動すると、順次ガラス焼結体は透明なガラス体になる。

#### 実施例 2

実施例1で述べた方法により、得られるガラス焼結体35からカーボン棒32を引き抜き、他の支持棒41（これは石英ガラス棒、カーボン棒等、1800°C程度に耐え得る材質であれば、特に制限条件はない）に、前記カーボン棒を引き取つたガラス焼結体35をピン42で取り付け、円筒状ヒータ43を有する加熱炉44により加熱し、透明ガラス体45とする。ガラス体を順次下方に2~10mm/minの速度で移動すれば、ガラス焼結体全体が透明ガラス体となる。

#### 実施例 3

実施例1で述べた方法において、カーボン棒表面に近い層から順次、ガラス焼結体の屈折率が小さくなるように、原料蒸気の混合比を変えて、ガラス焼結体層を作製してゆけば、ガラス焼結体の中心より外周に向つて次第に屈折率が小さくなる分布をしたガラス焼結体が得られる。得られたガラス焼結体を実施例1または実施例2に示す方法で透明ガラス体とする。

#### 実施例 4

ガラス原料 $\text{PCl}_3$ を蓄えた容器23の代わりに $\text{SiO}_2$ の屈折率を下げる原料 $\text{BBr}_3$ を蓄えた容器と取り換えて実施例1~3による方法に基づいても、透明ガラス体を得られる。

以上説明したように、本発明のガラスファイバ用母材の製造方法は、ガラス焼結体を作る工程が、水分や他の遷移金属不純物が混入されことなく、密閉容器内で反応するので、純度の高い透明なガラス体を得ることができ、また得られた透明ガラス体はすべて化学反応により合成され、出発材の石英管を使用しないので、石英管の形状、品質に依存しないなどの利点がある。

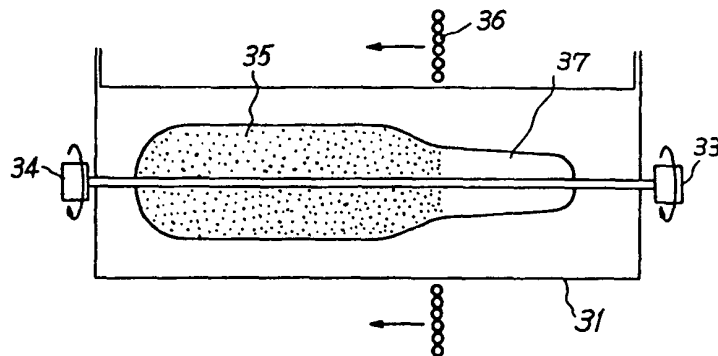
#### 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例の概要図、第2図は本発明の方法で得られたガラス焼結体を透明ガラス体とする工程を示す図、第3図は本発明の方法で得られるガラス焼結体を透明ガラス体とする他の工程を示す図である。

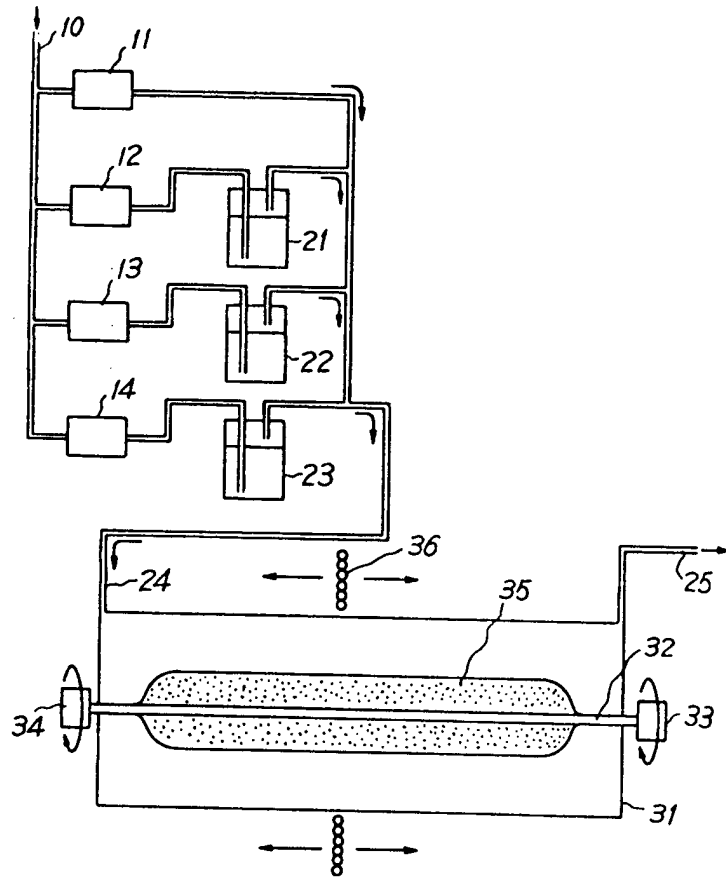
10 10……酸素ガスの供給口、11、12、13、14……流量制御器、21…… $\text{SiCl}_4$ を蓄えた原料容器、22…… $\text{GeCl}_4$ を蓄えた原料容器、24……混合ガスを反応容器に導く導入口、25……排気口、31……反応容器、32……出発カーボン棒、33、34……固定治具、35……ガラス焼結体、36……誘導コイル、37……透明なガラス体、41……支持棒、42……ピン、43……ヒータ、44……加熱炉、45……透明ガラス体。

30

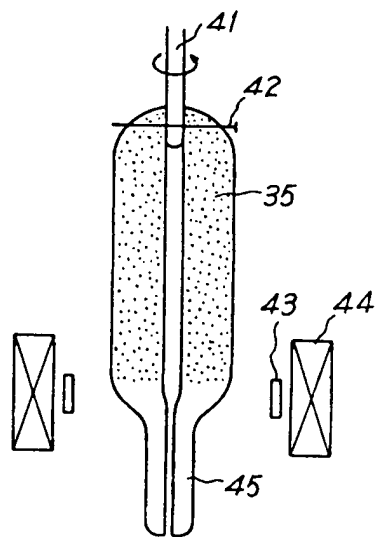
第2図



第1図



第3図



## ⑫ 特 許 公 報 (B 2)

昭60-45133

⑪ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭公告 昭和60年(1985)10月8日

C 03 B 37/018  
// C 03 B 20/00  
G 02 B 6/00

8216-4G  
7344-4G  
S-7370-2H

発明の数 1 (全4頁)

⑮発明の名称 光ガラスファイバ用母材の製造方法

⑯特 願 昭53-43325

⑰公 開 昭54-135811

⑱出 願 昭53(1978)4月14日

⑲昭54(1979)10月22日

⑳発 明 者 枝 広 隆 夫 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内  
㉑発 明 者 千 田 和 憲 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内  
㉒発 明 者 照 沼 幸 雄 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内  
㉓発 明 者 神 宮 寺 要 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内  
㉔発 明 者 岡 本 勝 就 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内  
㉕出 願 人 日本電信電話株式会社 東京都千代田区幸町1丁目1番6号  
㉖代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外1名  
審 査 官 松 本 悟

1

2

## ㉗特許請求の範囲

1 1個の芯と、異なる屈折率を有する被覆層からなる光ファイバ用母材を製造する方法において、ガラス管中心軸に沿い、グラフアイトまたは白金等の電氣的導電性を有する円柱状の中心棒を設け、この中心棒の周囲を覆うガラス管内に、熱酸化によりガラス微粒子または透明ガラスとなる原料ガス体を酸素ガスとともに流入せしめ、該ガラス管外部に取り付けた高周波コイルにより高周波電力を誘導して加熱し、該中心棒と高周波誘導コイルの位置を相対的に左右または上下に繰り返し移動させながら、加熱された中心棒の外周上にガラス微粒子堆積層または透明ガラス層を形成することを特徴とする光ガラスファイバ用母材の製造方法。

2 特許請求の範囲第1項記載の光ガラスファイバ用母材の製造方法において、該ガラス管内に流入せしめる原料ガス体の成分を、該高周波コイルと該中心棒の左右または上下の相対的な移動に合わせて次第に変化させることにより、中心棒直外

面上から堆積層外周面に向い、堆積ガラス微粒子または透明ガラス層の屈折率を変化させることを特徴とする光ファイバ用母材の製造方法。

3 特許請求の範囲第1項または第2項記載の光ガラスファイバ用母材の製造方法により得られるガラス母材より、該中心棒を取り除き、ついで中心棒を取り除いて形成される空間を、外部より適当な加熱源により加熱し、次第に小さくし、完全充実体とすることを特徴とする光ガラスファイバ用母材の製造方法。

## 発明の詳細な説明

本発明は光ガラスファイバ用母材の製造方法において、不純物の混入のない高純度な母材を製造する方法に関する。

15 光ガラスファイバ用母材の製造方法には、石英ガラス内壁面上に屈折率の異なるガラス層を形成した後、中心空間を中空化する特開昭50-120352号に記載されている方法(内付け法)と、円柱状種棒外側面上ガラス微粒子層を火災加水分解により形成する特開昭49-100551号に記載の方法(外

付け法)が知られている。

前者の方法はガラス管内壁面上に光の伝はんするガラス層を形成し、ガラス管と、形成したガラス層を一体として光ガラスファイバ母材とするので、ガラス管自体の純度、形状、品質が直接光ガラスファイバ母材の特性に影響する。しかもガラス管外側面より酸水素炎等の加熱源で、該ガラス管を加熱し、ガラス管の熱伝導によりガラス管内部を加熱するので、ガラス管の肉厚の変動、楕円等の不均一性が存在する場合、管内の温度分布が不均一となり、このため形成されるガラス膜の厚みに変動を生じ、得られる母材の真円度や場所による特性の不均一性の原因となる。しかもガラス管を通じての加熱であるから、管径を一定以上大きくすると、管内の温度は中心軸に近いところで低温となり、原料の反応効率は悪化するなど、石英管の太さに制約がある。このため1本の母材の大きさも制限があり、長尺なファイバ用母材を作製することは困難である。

後者の方法は、ガラスの原料のハロゲン化物、たとえば四塩化シリコンや四塩化ゲルマニウムなどを酸水素炎により生じる水分で加水分解反応させるので、得られる母材には必然的に不純物の一つであるOH基が含まれることになる。ガラスに含まれるOH基は波長 $2.73\mu\text{m}$ に基本吸収帯をもち、 $1.37\mu\text{m}$ 、 $0.95\mu\text{m}$ 等の波長に高調波の吸収帯をもつ。しかもガラスの構成体 $\text{SiO}_2$ と結合した吸収帯が、波長 $1.24\mu\text{m}$ 、 $0.88\mu\text{m}$ に生じ、これらの吸収帯は比較的広い裾を引いているので、光ファイバの損失特性を悪化させる原因になる。特に $1.37\mu\text{m}$ におけるOH基の吸収ピークは1ppmのOH基の存在により $60\text{dB/km}$ にも達し、長い波長帯での低損失化には大きな障害となる不純物である。

本発明は前述の従来方法の欠点を解決するため、外部からの不純物の混入を除き、かつ石英管の品質が光ファイバの特性に及ぼさないようにしたもので、ガラスの堆積を閉管内で行い、かつ光ファイバとなる材料は、すべて合成したガラスとすることを特徴とし、その目的は不純物の混入のない高品質の光ファイバ用母材を得ることにある。以下図面により本発明を詳細に説明する。

#### 実施例 1

第1図は本発明の一実施例の概要図で、10は

酸素ガスの供給口、11は供給口10から導入された酸素ガスの流量を制御する流量制御器、12は主成分である $\text{SiCl}_4$ 蒸気を運ぶキャリアガスの流量を制御する流量制御器、13は屈折率を制御するための原料 $\text{GeCl}_4$ 蒸気を運ぶキャリアガスの流量を制御する流量制御器、14は屈折率を制御するとともにガラス熔融温度を下げるための原料 $\text{PCl}_3$ または $\text{BBr}_3$ 蒸気を運ぶキャリアガスの流量を制御する流量制御器、21は主成分原料 $\text{SiCl}_4$ を蓄えた容器、22は屈折率を制御するための原料 $\text{GeCl}_4$ を蓄えた容器、23は屈折率を制御し、かつガラス熔融温度を下げるための原料 $\text{PCl}_3$ または $\text{BBr}_3$ を蓄えた容器、24はそれぞれの原料蒸気を含むキャリアガスと酸素ガスとが合流して原料蒸気と酸素ガスとの混合比が所望の値となった混合ガスを反応容器内に導く導入口、25は未反応ガスおよび余剰ガスを排出する排気口、31は反応部を密閉するための反応容器、32は高周波誘導加熱する出発カーボン棒、33および34は出発カーボン棒を固定し、回転するための固定治具、35は出発カーボン棒表面上に堆積したガラス焼結体、36は出発カーボン棒に高周波を誘導するための高周波誘導コイルである。

これを動作させるには、出発カーボン棒32を反応容器31内に回転する固定治具33、34により固定し、高周波誘導コイル36に周波数4MHzの高周波電力を流す。これにより出発カーボン棒32は電磁誘導により高周波電力が誘導され、反応容器31は加熱される。加熱温度はコイルに流す電力により変えることができ、 $1400^\circ\text{C}$ 程度の温度とするには、約10KWのパワーが必要であった。このとき高周波誘導コイル36と出発カーボン棒32を相対的に移動せしめると、加熱されたカーボン棒の領域は、高周波誘導コイル36の移動に伴って移動する。移動速度は $5\sim 25\text{cm/min}$ で行った。導入口24から原料蒸気 $\text{SiCl}_4$ : 100cc/min,  $\text{GeCl}_4$ : 50cc/min,  $\text{PCl}_3$ : 5cc/minと酸素ガスを合計 $1.5\ell/\text{min}$ 流入せしめ、同時に前記高周波誘導コイル36により、出発カーボン棒32に高周波電力を誘導して $1200\sim 1600^\circ\text{C}$ に加熱すれば、導入された原料ガスと酸素ガスは、化学反応により該カーボン棒上にガラス焼結体として形成される。高周波誘導コイル36の往復運動を多数回実行することにより、形成されるガラ